

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

02/858460
INPI
INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

REC'D 07 JAN 2000

WIPO

PCT

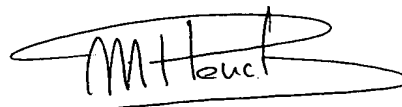
BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION**DOCUMENT DE
PRIORITÉ****PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA REGLE
17.1.a) OU b)****COPIE OFFICIELLE**

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le **23 DEC. 1999**

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

**Martine PLANCHE**

**INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE**

SIEGE

26 bis, rue de Saint Petersburg

75800 PARIS Cédex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04

Télécopie : 01 42 93 59 30

THIS PAGE BLANK (USPTO)

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

DATE DE REMISE DES PIÈCES N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL DÉPARTEMENT DE DÉPÔT DATE DE DÉPÔT	Réservé à l'INPI 21 DEC. 1998 98 16389 - LY 21 DEC. 1998	1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE PECHINEY Monsieur Daniel MAURICE 28 Rue de Bonnel 69433 LYON CEDEX 03
--	--	--

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle <input checked="" type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> demande divisionnaire <input type="checkbox"/> certificat d'utilité <input type="checkbox"/> transformation d'une demande de brevet européen	demande initiale <input type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> certificat d'utilité n°	n° du pouvoir permanent 5245 -LC004A 3780 -LC004A	références du correspondant BR 3293 DM/NC	téléphone 04 78 62 91 53
Établissement du rapport de recherche <input type="checkbox"/> différé <input checked="" type="checkbox"/> immédiat				
Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance <input type="checkbox"/> oui <input type="checkbox"/> non				

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

PROCEDE AMELIORE DE FILTRATION DE METAL LIQUIDE SUR UN LIT DE MATERIAU PARTICULAIRE REFRACTAIRE

3 DEMANDEUR (S) n° SIREN Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination	code APE-NAF	Forme juridique
1/ ALUMINIUM PECHINEY 2/ PECHINEY RHENALU		SA SA

Nationalité (s) Françaises	Adresse (s) complète (s) 1/ Tour Pascal "A" - 6 Place des Degrés 92800 PUTEAUX 2/ Tour Manhattan - 6 Place de l'Iris 92400 COURBEVOIE	Pays FRANCE FRANCE
-------------------------------	---	--------------------------

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs ☐ oui ☒ non Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES ☐ requise pour la 1ère fois ☐ requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE			
pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande

7 DIVISIONS antérieures à la présente demande	n°	date	n°	date
---	----	------	----	------

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (nom et qualité du signataire - n° d'inscription) Daniel MAURICE (422-5 161)	SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION D. GIRAUD	SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI
--	--	---

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg
75800 Paris Cédex 08

BR 3293 DM/NC

Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

98 16389 du 21/12/1998

TITRE DE L'INVENTION

PROCÉDE AMÉLIORÉ DE FILTRATION DE MÉTAL LIQUIDE SUR UN LIT DE MATÉRIAU PARTICULAIRE REFRACTAIRE

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

Monsieur Daniel MAURICE
PECHINEY
28 Rue de Bonnel
69433 LYON CEDEX 03

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse, et souligner le nom patronymique)

LESCUYER Hervé
16 Rue du Petit Jean
38610 GIERES

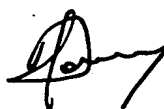
DUBUS Alain
11 Rue du Saumon
68600 BIESHEIM

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

4 Janvier 1999

Daniel MAURICE
(422-5/PP 361)



**PROCEDE AMELIORE DE FILTRATION DE METAL LIQUIDE
SUR UN LIT DE MATERIAU PARTICULAIRE REFRACTAIRE**

5

DOMAINE TECHNIQUE

L'invention concerne un procédé amélioré de filtration de métal liquide, en particulier l'aluminium, le magnésium ou leurs alliages sur un lit épais de gravier réfractaire.

10

ETAT DE LA TECHNIQUE

- Il est connu de filtrer l'aluminium liquide sur un lit de gravier épais en alumine frittée, dite tabulaire qui est une alumine alpha, se présentant généralement sous forme de billes ou de grains concassés, pour en éliminer les inclusions solides ou liquides. Il est très important de pouvoir améliorer cette élimination en particulier
- 15 quand l'aluminium sert à obtenir des feuilles très minces afin de diminuer le risque de rebus; en effet plus la feuille produite est mince plus il devient nécessaire d'éliminer les inclusions de petite taille, en plus de grosses, car elles produisent des défauts qui deviennent préjudiciables alors que dans le cas des tôles plus épaisses elles ne le seraient pas.
- 20 Le lit de gravier d'alumine frittée a généralement une épaisseur de l'ordre de 40 cm. Le taux d'épuration du métal liquide après filtration des inclusions par ce type d'alumine est limité; ainsi le dit métal peut encore contenir après filtration jusqu'à 10000 particules de taille supérieure à 20 μ m par kg, même pour un temps de séjour qui est généralement compris entre 100 et 500 sec, le dit taux d'épuration
- 25 étant très variable en fonction de la taille des particules et d'une coulée à l'autre. De plus il convient de noter que ce type d'alumine est coûteux.

La demanderesse a ainsi cherché à diminuer le taux d'inclusions présent dans le métal liquide filtré en s'intéressant plus particulièrement à améliorer l'élimination des inclusions de petite taille. Elle a également cherché à diminuer le coût, et plus généralement améliorer les performances du procédé de filtration de métal liquide à travers un lit de matériau particulaire, tout en essayant de trouver une solution au problème du recyclage du dit lit de matériau particulaire.

DESCRIPTION DE L'INVENTION

L'invention est un procédé de filtration de métal liquide dans lequel le dit métal liquide passe à travers lit épais de matériau particulaire réfractaire ayant une porosité ouverte comprise entre 5 et 30 %.

Ce procédé s'applique essentiellement à l'aluminium, au magnésium ou leurs alliages.

La porosité, qui correspond au volume poreux, est mesurée par porosimétrie au mercure; elle est due à des pores de diamètre essentiellement supérieur à 10 μm et généralement inférieur à 200 μm pour conserver une bonne tenue à l'érosion. La granulométrie est de préférence comprise entre 0,2 et 20 mm et le lit a une épaisseur de 4 à 40 cm. Le temps de séjour du métal liquide dans le lit de gravier peut être du même ordre de grandeur que celui utilisé pour le gravier d'alumine tabulaire mais il est remarquable de noter qu'on obtient une épuration au moins équivalente à celle obtenue avec la dite alumine pour des temps de séjour inférieur à 50 sec.

En comparaison un gravier d'alumine tabulaire présente une très faible porosité inférieure en général à 3 % due à des pores très fins en majorité inférieurs à 10 μm .

Le matériau utilisé dans l'invention est avantageusement un corindon électrofondu obtenu par fusion d'une alumine au four à arc, suivie par une coulée, de préférence dans des moules, en réglant le régime de refroidissement

et solidification de façon à obtenir la porosité ouverte voulue, et par un concassage et/ou broyage, par exemple dans un broyeur à cylindres ou à marteaux, le gravier obtenu étant ensuite criblé à la taille souhaitée et dépoussiéré. Il est préférable d'utiliser du corindon blanc pour éviter tout risque de souiller chimiquement le métal liquide.

Le taux d'élimination des inclusions est toujours supérieur à 95% ou avantageusement à 97 %, quelle que soit la taille des dites inclusions, ce qui se traduit également par une nette baisse de présence de particules de petites dimensions.

Il importe de noter que, même s'il est toujours possible d'utiliser un long temps de séjour pour améliorer le taux d'élimination des inclusions, l'invention permet d'employer des temps de séjour réduits tout en maintenant un niveau de qualité au moins égal à celui observé avec d'autres matériaux particuliers et une remarquable constance d'une coulée à l'autre, ce qui n'est pas le cas par exemple avec de l'alumine tabulaire.

Ainsi le temps de séjour peut être aussi réduit que 1 sec ou de préférence 5 sec; il est généralement inférieur à 500 sec ou de préférence 100 sec et se situe avantageusement entre 1 et 100 sec ou mieux entre 5 et 100 sec, les temps de séjour les plus courts étant déterminés par le niveau du taux d'élimination souhaité et par le risque de re largage des inclusions accepté.

A titre d'illustration le nombre de particules présentes dans le métal filtré ne dépasse pas généralement 600 particules de taille supérieure à 20 μm par kg de métal liquide filtré, la quantité de particules plus petites étant réduite d'autant. Il apparaît que non seulement la fixation des inclusions se fait mieux mais encore qu'il ne se produit pas de re largage.

Il semble que la présence de la porosité minimum requise joue un rôle prépondérant pour améliorer l'efficacité de la filtration, le taux de rétention des inclusions, la vitesse de filtration, ou pour diminuer la taille des inclusions retenues

et éviter leur re largage. De même la capacité de rétention des inclusions dans le corindon est plus importante que dans l'alumine tabulaire, c'est à dire qu'à taux d'épuration constant du métal liquide la durée de vie des filtres est augmentée.

On peut aussi penser que d'autres paramètres peuvent jouer un rôle important comme la rugosité ou la chimie de surface qui pourraient augmenter la mouillabilité par le métal liquide ou la capacité de rétention des inclusions sur le gravier. Les phénomènes mis en jeu pourraient être différents de ceux se produisant avec l'alumine tabulaire de porosité très faible. Il pourrait en particulier se produire une filtration en partie intra granulaire alors que pour une alumine tabulaire les pores de diamètre inférieur à 10 μm ne sont pas accessibles à l'aluminium liquide dans les conditions normales d'exploitation.

Le fait de pouvoir utiliser des vitesses de filtration élevées tout en améliorant le taux d'épuration et le taux de rétention permet d'améliorer la productivité, de diminuer l'encombrement des installations de filtration, de diminuer la consommation de médium filtrant et ainsi d'obtenir une diminution des coûts d'autant plus importante que le corindon est lui même moins cher que l'alumine tabulaire.

De plus le corindon offre l'avantage de pouvoir être aisément recyclé en le re-manufacturant par simple fusion alors que pour l'alumine tabulaire, si l'on veut éviter une re-manufacturation coûteuse, il faut effectuer un traitement de régénération complexe puisqu'il comprend généralement la combinaison d'un traitement à l'aide de différentes solutions aqueuses, qui sont autant d'effluents à traiter et/ou recycler, et un traitement thermique de régénération.

L'exemple suivant illustre l'invention en la comparant à l'état de la technique.

Deux lits filtrants ont été successivement utilisés dans la même installation pour effectuer plusieurs coulées chacun.

Le premier lit, selon l'art antérieur, est à base de billes d'alumine tabulaire de granulométrie 3/6 mesh, c'est à dire comprise entre 3,35 mm et 6,70 mm, et de

porosité 2,8 % due en grande partie à des pores de diamètre inférieur à 7 μm ; il a une épaisseur de 40 cm.

Le second lit, selon l'invention, est un corindon blanc (pureté supérieure à 99,6 %) de porosité 10,7 % due en majeure partie à des pores de diamètre compris entre 10 et 250 μm , sa granulométrie est comprise entre 3 et 6 mm et le lit a une épaisseur de 40 cm. Il est obtenu en coulant l'alumine liquide dans des lingotières métalliques, la vitesse de refroidissement et solidification étant de 50 à 100 $^{\circ}\text{C}/\text{h}$, en concassant le produit solidifié puis le broyant dans un broyeur à cylindres et en le criblant entre des tamis d'ouverture 3 et 6 mm.

- 10 Le métal liquide utilisé est un alliage d'aluminium – magnésium (1,2 %) dans lequel on fait des ajouts connus d'inclusions de taille inférieure à 120 μm de façon à avoir entre 10000 et 35000 inclusions/kg de métal selon les coulées. Le temps de séjour de l'aluminium liquide dans le lit filtrant est de 100 sec lors de chacune des coulées.
- 15 Le comptage des inclusions est effectué à l'aide d'un appareil LIMCA (Liquid Metal Cleanliness Analysis) commercialisé par la société Alcan et mettant en œuvre dans l'aluminium liquide la méthode de comptage bien connue du type dit Counter Coulter qui mesure à la fois le nombre et la dimension des particules par une mesure de résistance quand celles ci passent par un orifice calibré.
- 20 Le tableau ci dessous donne pour chaque coulée le taux d'élimination des inclusions, en %, observé pendant les coulées en fonction de la taille des inclusions.

Tableau 1 : Taux d'élimination des inclusions après filtration sur lit d'alumine tabulaire (essais comparatifs)

Taille des inclusions μm	20 - 40	40 - 60	60 - 80	> 80
Coulée 1	77	73	77	87
Coulée 2	95	93	91	94
Coulée 5	88	90	87	92
Coulée 6	84	90	92	98
Moyenne	86	87	87	93

- 5 On voit que dans ces essais la dispersion des résultats est importante à la fois d'une coulée à l'autre et en fonction de la granulométrie, et qu'en moyenne le taux d'élimination est insuffisant puisqu'il ne dépasse pas 93 % pour les plus grosses inclusions. Le caractère aléatoire du taux d'élimination des inclusions est particulièrement néfaste car il augmente considérablement le risque de rebuts lors de l'obtention ultérieure de tôles minces ou très minces.
- 10

Tableau 2 : Taux d'élimination des inclusions après filtration sur un lit de corindon selon l'invention

Taille des inclusions μm	20 - 40	40 - 60	60 - 80	80 - 100
Coulée 1	98	99	98	97
Coulée 2	99	99	100	99
Coulée 3	98	98	96	99
Coulée 4	99	99	99	98
Coulée 5	99	99	98	97
Moyenne	99	99	98	98

On observe que le résultat de filtration est excellent à la fois en homogénéité et en niveau puisque le taux d'élimination est d'au moins 98 % en moyenne. En particulier les particules les plus petites sont très bien éliminées.

7
REVENDEICATIONS

- 1 / Procédé de filtration de métal liquide par passage du dit métal liquide sur un lit de matériau particulaire réfractaire caractérisé en ce que le matériau particulaire a une porosité ouverte comprise entre 5 et 30 %.
- 2 / Procédé de filtration selon la revendication 1 caractérisé en ce que le temps de séjour du métal liquide dans le lit de matériau particulaire est supérieur à 1 sec et inférieur à 500 sec.
- 3 / Procédé de filtration selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que la porosité provient essentiellement de pores de diamètre supérieur à 10 μm et de préférence compris entre 10 et 200 μm .
- 4 / Procédé de filtration selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que le matériau a une granulométrie comprise entre 0,2 et 20 mm et que le lit a une épaisseur comprise entre 4 et 40 cm.
- 5 / Procédé de filtration selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que le matériau est du corindon électrofondu.
- 6 / Procédé de filtration selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que le métal liquide est choisi parmi l'aluminium, magnésium ou leurs alliages.
- 7 / Procédé d'obtention du corindon de la revendication 5 caractérisé en ce qu'il comprend une électrofusion d'alumine, une coulée, un refroidissement et une solidification pour obtenir la dite porosité, un concassage puis un criblage.
- 8 / Corindon utilisé dans le procédé de l'une quelconque des revendications 1 à 6 ou obtenu selon le procédé de la revendication 6 caractérisé en ce qu'il a une porosité comprise entre 5 et 30 %.

- 8
- 9 / Dispositif de filtration de métal liquide comportant le matériau de la revendication 8 ou utilisé dans le procédé de l'une quelconque des revendications 1 à 6.